

## ⑫公開特許公報(A)

昭54—163829

⑮Int. Cl.<sup>2</sup>  
A 61 K 7/00識別記号 ⑯日本分類  
31 A 0厅内整理番号  
7432—4C

⑰公開 昭和54年(1979)12月26日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 11 頁)

⑯化粧料

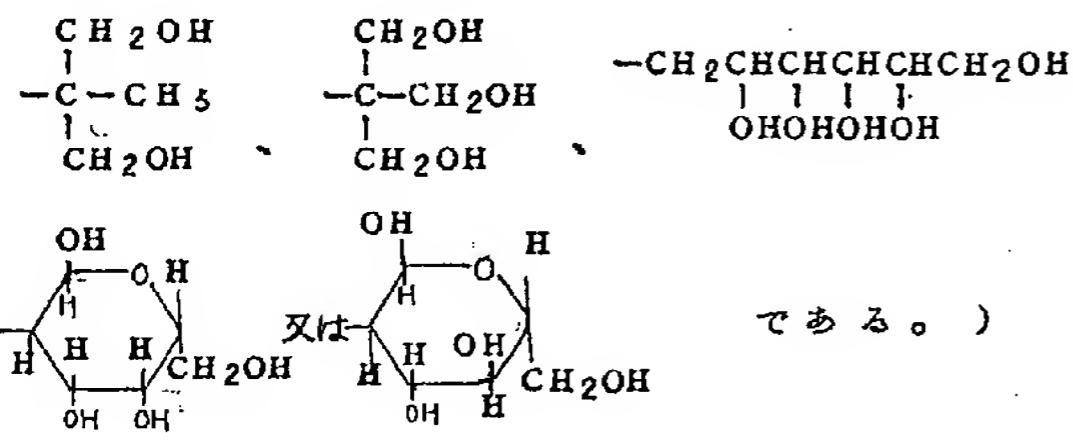
⑰特 願 昭53—72770  
⑰出 願 昭53(1978)6月15日  
⑰發 明 者 本田計一  
小田原市寿町5丁目12番13号⑰發 明 者 奥山源一郎  
小田原市寿町5丁目4番3号  
⑰出 願 人 鐘紡株式会社  
東京都墨田区墨田五丁目17番4号  
⑰代 理 人 弁理士 足立英一

## 明細書

## 1. 発明の名称

化粧料

## 2. 特許請求の範囲

(1) 一般式  $R_1OCH_2CHCH_2NR_2$   
 $\quad \quad \quad | \quad |$   
 $\quad \quad \quad OH \quad CH_3$ (式中で  $R_1$  は炭素数 10 ~ 22 のアルキル基又は  
アルケニル基、  $R_2$  は

である。)

で表わされる化合物の少なくとも一つを含有していることを特徴とする化粧料。

(2) 一般式における  $R_1$  が、ローデシル基、n-ドデシル基、n-テトラデシル基、2-ベンチルノニル基、n-ヘキサデシル基、2-ヘキシルデシル基n-オクタデシル基、2-ヘプチルウンデシル基、  
2-(1, 3, 5-トリメチル)-ブチル-5, 7, 7-  
トリメチルオクチル基、n-9-オクタデセニル  
基、n-9, 12-オクタデカジエニル基、ロ-  
9, 12, 15-オクタデカトリエニル基、2-オクチル  
ドデシル基、n-ドコシル基である特許請求の範  
囲第(1)項記載の化粧料。(3) 一般式で表わされる化合物の少なくとも一つ  
が 0.1 ~ 50 重量% の範囲内で含有されている特  
許請求の範囲第(1)項記載の化粧料。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は皮膚に対する刺激がなく、安全性、親  
和性が高く、経日安定性、乳化安定性、使用感等  
に優れ、且つ外観(肌目、光沢)の良好なクリー  
ム状、乳液状、ローション状、オイル状の皮膚化  
粧料及び整髪剤、ヘアコンディショナー、シャ  
ンプー、リンス等の頭髪化粧料に関する。従来、多くの化粧料が具備すべき条件としては、  
(1)皮膚等を刺激することなく、安全性が高いこと。  
(2)乳化安定性、経日安定性が高いこと。(3)皮膚等

に対する親和性が良いこと。(4)使用感に優れていること。(5)肌目、光沢性等の外観の良好なこと等が挙げられている。

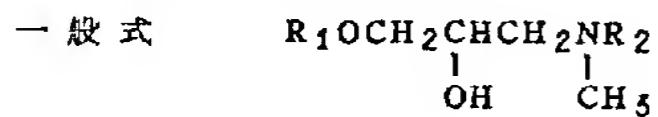
しかし乍ら、これらの諸条件は適切な化粧品原料を使用することによって初めて満たされるものであって、原料の選択は最も重要な課題である。一般に、化粧料は水以外の成分として、油性基剤(油脂、ワックス、高級アルコール、炭化水素、エステル油等)、潤滑剤、界面活性剤、エタノール、香料等の成分から構成されるが、中でも界面活性剤は前記諸条件の要因となる乳化安定性、経日安定性、皮膚刺激性、生理的安定性、皮膚等に対する親和性、使用感、外観等に大きな影響を及ぼす為、その使用に際しては細心の注意を払わねばならない。特に非イオン系界面活性剤、可溶化剤として広く使用されている。その中でも、皮膚刺激、毒性、乳化力等を考慮して、比較的良好なものが現在、化粧品原料として使用されているのであるが、前記諸条件を全て満たし得るものは未だ見出しえない。

-3-

って、しかも化粧料中に含有せしめると、その安定性を著しく増大させるのみならず使用感、外観等も極めて優れたものとなり、従来の非イオン系界面活性剤の欠点を悉く解消することを見出し、本発明を完成した。

本発明の目的は、皮膚に対する刺激がなく、生理的安全性、親和性が高く、乳化安定性、経日安定性に優れ、且つ外観の良好なクリーム状、乳液状、ローション状、オイル状の皮膚化粧料及び整髪剤、ヘアーコンディショナー、シャンプー、リンス等の頭髪化粧料を提供することにある。

すなわち、本発明は



(式中で  $R_1$  は炭素数 10 ~ 22 のアルキル基又はアルケニル基、  $R_2$  は



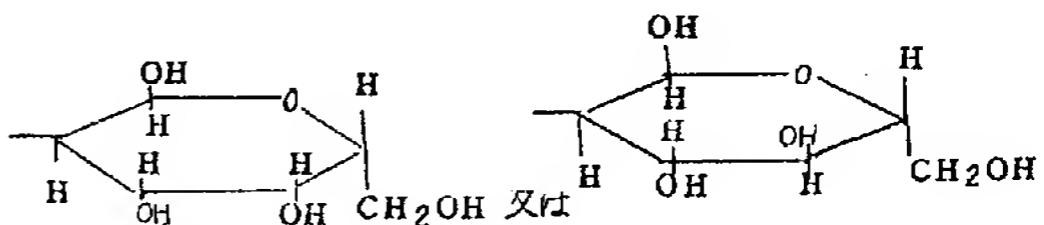
である。)

-5-

例えば、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル等のポリオキシエチレン高級アルコールエーテルでは、皮膚に対する刺激性が強く、しかも乳化安定性がわるい。またグリセリルステアリルエーテル、グリセリルセチルエーテル、グリセリルラウリルエーテル(モノエーテル、ジエーテル)等では乳化性がわるく、例えば生成するクリーム等の肌目、光沢性、経日安定性が劣る。又、グリセリン高級脂肪酸エステル、ソルビタン高級脂肪酸エステル、ポリエチングリコール高級脂肪酸エステル等のポリオール高級脂肪酸エステルでは、乳化安定性に劣り、ゲル化現象を起し易く、経日安定性に乏しい。更に、ジエタノールアミン等の高級脂肪酸アミドに於いては、乳化力が充分でなく、又、軽微ではあるが、若干の皮膚刺激性が認められ、従ってその用途は限定されていた。

本発明者らは、かかる現状に鑑み、鋭意研究を行なった結果、後記一般式で示される化合物は、皮膚に対する刺激がなく、生理学的にも安全であ

-4-



である。)

で表わされる化合物の少なくとも一つを含有していることを特徴とする化粧料である。

以下本発明の実施の態様を詳説する。

本発明に使用する前記一般式で示される化合物の  $R_1$  は前述の如く炭素数 10 ~ 22 のアルキル基又はアルケニル基であって、例えば、n-デシル基、n-ドデシル基、n-テトラデシル基、2-ヘンチルノニル基、n-ヘキサデシル基、2-ヘキシルデシル基、n-オクタデシル基、2-ヘプチルウンデシル基、2-(1,3,5-トリメチル)ブチル-5,7,7-トリメチルオクチル基、n-オクタデセニル基、n-9,12-オクタデカジエニル基、n-9,12,15-オクタデカトリエニル基、2-オクチルドデシル基、n-ドコシル基が好ましいものの例として挙げることができる。

-6-

更に、本発明に使用する前記一般式で示される化合物の中で、例えば、 $\alpha$ -(*N*-メチル-*N*-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール $\alpha$ -デシルエーテル、 $\alpha$ -(*N*-メチル-*N*-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール $\alpha$ -ドデシルエーテル、 $\alpha$ -(*N*-メチル-*N*-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール $\alpha$ -テトラデシルエーテル、 $\alpha$ -(*N*-メチル-*N*-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール $\alpha$ -テトラデシルエーテル、 $\alpha$ -(*N*-メチル-*N*-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール $\alpha$ -オクタデシルエーテル、 $\alpha$ -(*N*-メチル-*N*-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール $\alpha$ -2-ヘプチルウンデシルエーテル、 $\alpha$ -(*N*-メチル-*N*-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール $\alpha$ -n-9-オクタデセニルエーテル、 $\alpha$ -(*N*-メチル-*N*-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコール $\alpha$ -オクタデシルエーテル、 $\alpha$ -(*N*-メチル-*N*-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコール $\alpha$ -テトラデシルエーテル、 $\alpha$ -(*N*-メチ

- 7 -

ル - N - ト リ メ チ ロ ー ル メ チ ル ) ア ミ ノ プ ロ ピ レ  
ン グ リ コ ル  $\alpha$  - 2 - ヘ プ チ ル ウ ナ デ シ ル エ - テ  
ル ,  $\alpha$  - ( N - メ チ ル - N - ト リ メ チ ロ ー ル メ チ  
ル ) ア ミ ノ プ ロ ピ レ ニ グ リ コ ル  $\alpha$  - n - 9 - オ ク  
タ デ セ ニ ル エ - テ ル ,  $\alpha$  - ( N - メ チ ル N - ト リ  
メ チ ロ ー ル メ チ ル ) ア ミ ノ プ ロ ピ レ ニ グ リ コ ル  
 $\alpha$  - 2 - オ ク チ ル ド デ シ ル エ - テ ル ,  $\alpha$  - ( N -  
メ チ ル - N - ト リ メ チ ロ ー ル メ チ ル ) ア ミ ノ プ ロ  
ピ レ ニ グ リ コ ル ド コ シ エ - テ ル ,  $\alpha$  - ( N - メ  
チ ル - N - 2, 3, 4, 5, 6 - ペン タ ヒ ド ロ キ シ ヘ キ  
シ ル ) ア ミ ノ プ ロ ピ レ ニ グ リ コ ル  $\alpha$  - 2 - ( 1,  
3, 5 - ト リ メ チ ル ) プ チ ル - 5, 7, 7 - ト リ メ チ ル  
オ ク チ ル エ - テ ル ,  $\alpha$  - ( N - メ チ ル - N - 2, 5,  
4, 5, 6 - ペン タ ヒ ド ロ キ シ ヘ キ シ ル ) ア ミ ノ プ ロ  
ピ レ ニ グ リ コ ル  $\alpha$  - 2 - ド デ シ ル エ - テ ル ,  $\alpha$  - ( N -  
メ チ ル - N - 2, 3, 4, 5, 6 - ペン タ ヒ ド ロ キ  
シ ヘ キ シ ル ) ア ミ ノ プ ロ ピ レ ニ グ リ コ ル  $\alpha$  - 2  
- ペン チ ル ノ ニ ル エ - テ ル ,  $\alpha$  - ( N - メ チ ル -  
N - 2, 3, 4, 5, 6 - ペン タ ヒ ド ロ ヘ キ シ ル ) ア ミ  
ノ プ ロ ピ レ ニ グ リ コ ル  $\alpha$  - n - 9 オ ク タ デ セ ニ

- 8 -

ルエーテル, N-メチル-N-2-ヒドロキシ-5-デシロキシプロビルグルコサミン, N-メチル-N-2-ヒドロキシ-5-(2-ヘプチルウンデシロキシ)プロビルグルコサミン, N-メチル-N-2-ヒドロキシ-5-ルーターオクタデセニロキシ)プロビルグルコサミン, N-2-ヒドロキシ-3-ードデシロキシプロビルガラクトサミン等が好ましいものの例として挙げられる。

本発明の一般式で表わされる化合物は、それらの少なくとも一つを前記化粧料の基剤と公知の方法で混合して、前記化粧料の中に含有せしめる。その使用量（含有量）は、通常、当該化粧料の重量に対して0.1～50重量%（好ましくは1～20重量%）の範囲内である。

例えば、皮膚化粧料の場合には通常1～10重量%が配合され、頭髪用化粧料の場合には5～20重量%の範囲内で使用する場合が多い。

本発明に使用する前記一般式で示される化合物は、高級アルコール（アルキル基又はアルケニル基の炭素数は10～22）のグリシジルエーテル

とその1モルに対して1, 2~5倍モルの当該N-メチルーアルカノールアミンとを加熱して付加反応させることによって、高収率で得られる。

前記一般式で示される化合物は一般に無色、淡黄色結晶、ペースト状、液状のものであって、水に易溶又は難溶、アルコール、石油エーテル、リグロイン等に易溶なものが多い。

以下にその合成例を示す。

合成例 1  $\gamma$ -(N-メチルN-トリメチロール  
メチル)アミノプロピレングリコール、  
 $\alpha$ -2-オクチルドデシルエーテルの合  
成

搅拌機、還流冷却器を備えた2000-mLのフラスコにN-メチルトリメチロールアミノメタン1.2モル、グリシジル2-オクチルドデシルエーテル1.0モルを入れ、120℃で4時間反応させた。反応後、内容物に1000-mLの石油エーテルを加えて充分に搅拌を行なった後、室温にて2時間静置する。沈殿した未反応のN-メチルトリメチロールアミノメタンをデカンテーションにより除き、

- 9 -

上澄み液を濃縮する。

次に残留物を高度真空下に(0.05 Torr)蒸留して、

160℃迄の留分を除去し、目的化合物を得た。

収率91%，淡黄色、ペースト。

尚、このものは、種々の分析(IR, NMR, MS等)により、前記の目的化合物であることを確認した。

合成例2： $\gamma$ -(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)

アミノプロピレングリコール  $\alpha$ - $\omega$ -9-オクタデセニルエーテルの合成

合成例1と同様の反応器に、N-メチル-2-アミノ-2-メチル-1,3-プロパンジオール7.2モル、グリシジルオレイルエーテル1.0モルを入れ、激烈に攪拌しつつ、120℃で3.5時間反応させた。終了後、合成例1と同様の後処理を行ない、516gの前記目的化合物を得た。収率95%。淡黄色のペースト。

ここに得たものも、合成例1と同様の分析により前記の目的化合物であることを確認した。

合成例3： $\gamma$ -(N-メチル-N-2,3,4,5,6

-11-

りに、N-メチル-ガラクトサミン1.2モル、グリシジル2-オクチルドシルエーテルの代りに、グリシジル2-ヘプチルウンデシロキシエーテル1.0モルを使用する他は、前記合成例1と同様に行ない、前記目的化合物を得た。収率90%。淡黄色の半固体。

本発明の前記一般式で示される化合物は、後記第1表に示した化合物と同様に皮膚に対する刺激が少ない。

#### A、動物皮膚刺激試験

##### ・試験方法

Draizeの方法に準じ、被検試料0.5gを塗布したパッチ片を背部の毛を刈り取った白色家兔(3羽を使用)皮膚に貼付する。家兔をゴム衣で覆い、動かぬよう動物ホルダー中に固定する。24時間後にパッチ片を取り除き、下記の判定基準に従い反応の度合を記録する。また72時間後にも判定を行ない、26時間後と72時間後のスコアの平均値を算出し、刺激スコアとする。

判定：

一ペントヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコール  $\alpha$ -ドコシルエーテルの合成

合成例1において、N-メチル-トリメチロールアミノメタンの代りにN-メチル-グルカミン1.3モル、グリシジル2-オクチルドシルエーテルの代りに、グリシジルドコシルエーテル1.0モルを使用する他は前記合成例1と同様に行ない目的化合物を得た。収率90%。淡黄色の固体。

合成例4：N-メチル-N-2-ヒドロキシ-5-デシロキシプロピルグルコサミンの合成

N-メチル-トリメチロールアミノメタンの代りに、N-メチル-グルコサミン1.2モル、グリシジル2-オクチルドシルエーテルの代りに、グリシジルデシルエーテル1.0モルを使用する他は、前記合成例1と同様に行ない、前記の目的化合物を得た。収率88%。淡黄色の半固体。

合成例5：N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-(2-ヘプチルウンデシロキシ)プロピルガラクトサミンの合成

N-メチル-トリメチロールアミノメタンの代

-12-

#### (1)紅斑及び皮形成

紅斑なし	-0
極めて軽微な紅斑	-1
確認できる紅斑	-2
中程度～激しい紅斑	-3
激しい紅斑と軽い皮形成	-4

#### (2)浮腫の形成

浮腫なし	-0
極めて軽微な浮腫	-1
軽微な浮腫	-2
中程度の浮腫	-3
激しい浮腫	-4

評価：

算出したスコア値により、刺激の度合は次のように評価される。

0～2	僅かな刺激又は殆ど刺激なし
2以上5以下	中程度の刺激
5以上	強い刺激

次に人体に対して皮膚一次刺激試験を行い、無刺激性であることが判明した。(第1表)

## B、人体皮膚刺激試験

## 試験方法

開錠貼付試験法により、上又は前内側部に被検試料を塗布したネル布(1.5cm四方)を貼皮し、その上から包帯でカバーする。24時間後にネル布、試料を取り除き、下記の判定基準に従って反応の度合を判定し、さらに48時間後にも判定を行う。

## 判定：

全く変化なし………一  
かすかな紅斑………土  
明らかな紅斑………十  
紅斑以外に浮腫、水胞等の認められるもの………十

## 評価：

卅、(++)を陽性とし、その陽性率により評価を行った。但し、被検者は無作為抽出した男子、女子各50名。

## 被検試料の調製：

第1表の被検物質を各々10重量%含有するオリーブ油を調製し、これを被検試料とした。

- 15 -

(1)ポリオキシエチレンステアリルアミン (5. E. O.)	1.7	15
(2)ソルビタンセスキステアレート	1.0	3
(3)ラウリン酸ジェタノールアミド	2.5	27
(4)ア-(N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル) アミノプロビレングリコールα-デシルエーテル	0.83	8

(注)：上記の(1)～(4)の化合物は従来の非イオン界面活性剤である。

以上から明らかな様に、本発明に使用される前記一般式(1)～(2)で示される化合物は、皮膚に対する刺激が、従来の非イオン界面活性剤に比べて非常に少ないことが判る。更にマウスによる経口毒性試験の結果、第1表の化合物は全てLD<sub>50</sub>200/kg以上であることが確認された。

本発明に係る前記一般式(1)～(2)で示される化合物は、上述の様に低刺激性、無毒性であるのみならず、これらは全て通常の油性基剤(例えば、流動パラフィン、油脂、エステル油、ワックス、高級アルコール等)に完全に溶解若しくは混和し、又、水にも良好に分散或いは溶解する。従って、

第1表

被検化合物	動物皮膚 刺激試験	人体皮膚 刺激試験
(1)ア-(N-メチルN-1, 1-ジメチロールエチル)アミノプロビレングリコールα-デシルエーテル	0.35	0
(2)ア-(N-メチルN-1, 1-ジメチロールエチル)アミノプロビレングリコールα-デシルエーテル	0.17	0
(3)ア-(N-メチル-N-1, 1-ジメチロールアミノプロビレングリコールα-オクタデシルエーテル	0	0
(4)ア-(N-メチル-N-1, 1-ジメチロールエチル)アミノプロビレングリコールα-9-オクタデセニルエーテル	0	0
(5)ア-(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロビレングリコールα-2-(1, 3, 3トリメチル)ブチル-5, 7, 7-トリメチルオクチルエーテル	0	0
(6)ア-(N-メチルN-トリメチロールメチル)アミノプロビレングリコールα-デシルエーテル	0	0
(7)N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-デシロキシプロピルグルコサミン	0	0
(8)N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-ドロキシプロピルガラクトサミン	0	0
(9)ポリオキシエチレンオレイルエーテル (3. E. O.)	2.3	21
(10)ポリオキシエチレンステアリルエーテル	0.83	8

- 16 -

乳化タイプの化粧料の場合には、該化合物と油性基剤を加熱攪拌して混合した後、これに水を攪拌下に添加混合して乳化する等の方法により、又、ローションタイプの化粧料の場合は、該化合物と油性基剤のアルコール溶液に、攪拌しつつ水を添加する等の方法により、又、シャンプー等の化粧料の場合には、該化合物と他の原料とを加熱攪拌して均一に分散させる等の方法により、いずれも公知の技術を適用して容易に本発明の化粧料が製造される。以下、実施例について説明する。実施例中に示す部とは重量部、%とは重量%を意味する。

## 実施例1(油性スキンクリーム)

ア-(N-メチル-N-1, 1-ジメチロールエチル)アミノプロビレングリコールα-9-オクタデセニルエーテル3部、セレシン2.0部、ワセリン4部、ミツロウ1.5部、鯨ロウ1部、流動パラフィン1.4部を混合して75℃で5分間加熱攪拌して均一に溶解した。次いでそこへ、75℃に加温した精製水7.0部を攪拌しながら添加し、

- 17 -

-215-

- 18 -

## 水酸化カリウム

0.05部

添加後、搅拌を続けながら室温まで冷却して油性のスキンクリーム(栄養クリーム)を得た。ここに得たクリームは肌目が極めて良く、光沢は8.2(JIS 28741-1962 光沢度測定方法2による)と優れており、又45℃に於ける経日安定性も6ヶ月以上安定であった。

## 実施例2(親水性スキンミルク)

## (油相)

ア- <i>(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)</i>	1部
アミノプロピレングリコールバーオクタデシルエーテル	
N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3- <i>(N-メチル-2-オクチルドデシロキシ)プロピルグルコサミン</i>	1部
流動パラフィン	8部
パルミチルパルミテート	5部
オリーブ油	8部
ステアリン酸	2部
セタノール	2部
香 料	適量
(水相)	
純 水	73.5部

-19-

上記割合の油相成分を80℃で均一に混合し、そこえ80℃の水相を搅拌しつつ徐々に加えて乳化する。その後搅拌を継続しながら室温迄冷却し、親水性のスキンミルクを得た。かくして得られたミルクは、10℃, 20℃, 40℃の粘度がそれぞれ8500cps, 6800cps, 5100cpsと温度による粘度変化が非常に小さく、使用感も優れたものであった。又、45℃に於いて、このものは6ヶ月後も極めて安定であった。

## 実施例3(油性ファンデーションクリーム)

ア- <i>(N-メチルN-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールバーオクタデセニルエーテル</i>	3部
ア- <i>(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)</i>	2部
アミノプロピレングリコールバードコシルエーテル	
固型パラフィン	2部
ワセリン	8部
流動パラフィン	15部
香 料	適量
(水相)	

-20-

ソルビット	4部
酸化チタン	1.5部
炭オリン	1.5部
ベンガラ	0.02部
黄酸化鉄	0.02部
水	6.5部

上記組成の油相成分を80℃で均一に分散する。一方、水相成分を同様に80℃で均一に分散させる。次に前記油相を搅拌しながら、水相を添加し、乳化を行なった後、徐々に室温迄冷却してファンデーションクリームを得た。このものも45℃での保存に於いて、6ヶ月後も極めて安定であることが判明し、且つ、非常に化粧くずれを起しにくいファンデーションであることも確認された。

## 実施例4(スキンローション)

## (ベース1)

1,3-ブチレングリコール	5部
プロピレングリコール	1部
ソルビトール	1部
純 水	80部

-21-

色 素	適量
(ベース2)	
エタノール(95%)	0.5部

ア- <i>(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシ)アミノプロピレングリコールバードコシルエーテル</i>	0.7部
---	------

## 香 料 適量

上記組成のベース1とベース2を室温下に充分搅拌混合し、スキンローションを得た。ここに得られたローションは、乾性の肌に對して顯著な潤滑効果を示し、本発明のア-*(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコールバードコシルエーテル*等は潤滑剤として効果<sup>の</sup>有<sup>有</sup>することが判明した。

## 実施例5(栄養オイル)

## (ベース1)

ラノリン	5部
オリーブ油	1.2部
オクチルドデシルミリストート	5部
流動パラフィン	4.5部

-22-

油溶性ビタミン類	1.5部
ジイソプロピルアジペート	1.5"
(ベース2)	
ア-(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールペー2-オクチルデシルエーテル	2"
ア-(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-デシルエーテル	1.5"
水溶性ビタミン類	1"
プロピレングリコール	2.5"
香料	適量

ベース2の成分を50℃で充分攪拌して溶解させる。又、ベース1の成分を室温で溶解させる。次に30℃以下でベース2の中にベース1を攪拌しながら徐々に添加し、充分混和して栄養オイルを得た。この様に本発明の界面活性剤を用いることにより、本来、水溶性物質であり油類に対して殆ど溶解しない成分である、水溶性ビタミンやアプロピレングリコールなどをも、油類に可溶化させることが出来、甚だ有用な界面活性剤であることが判明した。

- 25 -

に加熱攪拌し、均一に溶解させる。次に、激しく攪拌しつつ、油相の中に水相を徐々に加え、添加後、攪拌を続けながら室温まで冷却して、油性のヘアクリームを得た。この様にして得たクリームは頭髪に塗布した場合、べとつきなどの不快感、異和感を与えず、セット力も3~4日間持続するものであった。

## 実施例7(液体整髪剤)

ア-(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールペー1-2-ヒドロキシ-9-オクタデセニルエーテル	2部
ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンコポリマー	1.5部
エタノール(95%)	4.0
純水	4.5
香料	適量

上記組成の各成分を室温下でよく混合溶解させ、液体整髪剤を得た。このものはべとつきが少なく、セット力も良好であった。

## 実施例8(シャンプー)

ラクリン酸カリウム	1.5部
-----------	------

又、ここに得た栄養オイルは浸透感に富む上に45℃、6ヶ月後も、水溶性ビタミン類やプロピレングリコールを分離することなく、極めて安定であった。

## 実施例6(油性ヘアクリーム)

## (油相)

N-メチル-N-2-ヒドロキシ-5-ユ-オクタデシロキシビルグルコサミン	1部
--------------------------------------	----

ア-(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールペー1-9オクタデセニルエーテル	5部
--	----

流動パラフィン	1.5部
---------	------

ミツロウ	2.5部
------	------

固型パラフィン	2.5部
---------	------

鯨ロウ	3.5部
-----	------

香料	適量
----	----

## (水相)

グリセリン	5"
-------	----

増粘剤	1.5"
-----	------

純水	6.5"
----	------

上記組成の油相、及び水相を各々別々に70℃

- 24 -

ソジウムラクリルP. O. Eサルフェート	2部
-----------------------	----

ヘキシレングリコール	2"
------------	----

ア-(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ベンタヒドロキシ)アミノプロピレングリコールペー1-9オクタデセニルエーテル	5"
---	----

ア-(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールペー1-ヘプチルウニシルエーテル	5.0"
---	------

純水	6.8"
----	------

香料	適量
----	----

上記組成の各成分を50℃に加熱攪拌して、均一に溶解し、更に攪拌下に室温まで冷却してシャンプーは洗浄力、起泡力に優れ、又、洗髪後、髪にきしみ感を与えることなく、良好なつやとしなやかさを与えるものであった。

## 実施例9(乳液状ヘアリンス)

ア-(N-メチル-N-メチロールメチル)アミノプロピレングリコールペー1-デシルエーテル	0.5部
--	------

N-メチル-2-ヒドロキシ-5-ヘキサデシロキシプロピルグルコサミン	0.4"
------------------------------------	------

ラクリルベンジルトリメチルアンモニウムクロリド	4
-------------------------	---

プロピレングリコール	3"
------------	----

セタノール	3"
-------	----

- 25 -

純 水

85.1部

香 料

適 量

上記組成の各成分を50℃で加熱攪拌し、均一に分散させる。その後、更に攪拌しつつ室温まで冷却し、乳液状のリンスを得た。このものは髪に良好なうるおい、つや、しなやかさを与え、従来の界面活性剤では期待できなかつた種々の特性を有していることが判明した。

## 実施例10(油性クリームの経日乳化安定性)

前述の実施例1に於いて、ア- (N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-ヨ-9-オクタデセニルエーテルの代りに、本発明の他の化合物であるア- (N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-テトラデシルエーテル(No.1)、ア- (N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-ドコシルエーテル(No.2)、ア- (N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-2-ヘキシルデシルエーテル(

No.3)、ア- (N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-2-オクチルドデシルエーテル(No.4)、ア- (N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-2-(1,3,3-トリメチル)ブチル-5,7,7-トリメチルオクチルドデシルエーテル(No.5)、及び公知のア- (N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル)アミノプロピレングリコールα-デシルエーテル(No.6)、ポリオキシエチレンステアリルエーテル(3,ED)(No.7)、ステアリン酸ジェタノールアミド(No.8)をそれぞれ用いてクリームを調製し、45℃に保った恒温室内に放置して、経日乳化安定性を調べた。その結果を第2表に示す。

以下余白

- 27 -

- 28 -

第 2 表

期間 試料番	1ヶ月	3ヶ月	6ヶ月	1年
(1)	変化なし	"	"	"
(2)	変化なし	"	"	"
(3)	変化なし	"	"	"
(4)	変化なし	"	"	"
(5)	変化なし	"	"	"
(6)	油が分離	—	—	—
(7)	油が分離	水が分離	—	—
(8)	油、水が分離	—	—	—

以上の結果から明らかな様に、本発明の化粧料(1~5)は、経日乳化安定性に於いて、従来のものより著しく優れており、又、外観、光沢、感触も良好であった。

## 実施例11(シャンプーの起泡力、毛髪動摩擦力、眼粘膜刺激性)

非イオン界面活性剤として、本発明のア- (N-メチル-N-1,1-ジメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-デシルエーテル(No.

1)、ア- (N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-ドデシルエーテル(No.2)、N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-ドコシロキシプロピルグルコサミン(No.5)、ア- (N-メチル-N-2,3,4,5,6-ペンタヒドロキシヘキシル)アミノプロピレングリコールα-2-オクチルドデシルエーテル(No.4)、N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-(n-9-オクタデセロニキシ)プロピルガラクトサミン(No.5)及び市販のラウリン酸ジェタノールアミド(No.6)、ステアリン酸モノエタノールアミド(No.7)、ア- (N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル)アミノプロピレングリコールα-ドデシルエーテル(No.8)をそれぞれ用いて、下記の組成のシャンプーを実施例8に準じて調製し、被検試料とした。

## (組 成)

非イオン界面活性剤 ..... 5部  
ラウリン酸カリウム ..... 20部  
セチルピリジニウムプロミド ..... 0.5部

- 29 -

- 30 -

セタノール	0.8部
エタノール(95%)	6"
純水	6.5部
香料	適量

## (試験方法)

## 1. 起泡力

試料10gを水で1000gに希釈した溶液を調製し、これをロスマイルス起泡力試験器を用いて、40℃で起泡し、10秒後の泡の高さを測定した。

## 2. 毛髪動摩擦係数

各試料の0.1%水溶液に人毛を3分間浸漬後、流水で水洗し乾燥する。この毛髪を20℃相対湿度65%の条件下に24時間放置後レーダー法により、摩擦速度2m/分、荷重500mgの条件下で測定した。

## 3. 動物眼粘膜刺激試験

白色家兔を用いて行なった。0.1%の試料を定基準は次の通りである。

## (1) 角膜白濁の程度 スコアー

透 明	0
-----	---

- 51 -

不透明を通して虹彩の細部まで見える	1
-------------------	---

" " が僅かに不明瞭	2
-------------	---

" " は見えないが瞳孔は判別できる	3
--------------------	---

虹彩も瞳孔も判別できない	4
--------------	---

## 向白濁の面積 スコアー

白濁部分なし	0
--------	---

1/4 以下	1
--------	---

1/4~1/2	2
---------	---

1/2~3/4	3
---------	---

3/4 以上	4
--------	---

全スコアは(1)×(2)で与えられる。

## (判定基準)

0~0.5	無刺激性
-------	------

1.5~2.5	殆ど無刺激
---------	-------

2.5~1.5	極く軽度の刺激
---------	---------

以上の結果を第5表に示す。

## (以下余白)

- 52 -

第5表

試料名	起泡力試験	毛髪動摩擦係数	眼粘膜刺激試験
(1)	235	0.187	0
(2)	230	0.181	0
(3)	222	0.183	0
(4)	235	0.178	0
(5)	228	0.176	0
(6)	185	0.231	4
(7)	171	0.227	3
(8)	153	0.228	4

第4表

試料名	リンス前の毛髪動摩擦係数		リンス後の毛髪動摩擦係数	
	摩擦係数	摩擦係数	摩擦係数	摩擦係数
1	0.187		0.177	
2	0.181		0.173	
3	0.183		0.170	
4	0.178		0.171	
5	0.176		0.170	
6	0.231		0.187	
7	0.227		0.185	
8	0.228		0.181	

以上の結果より、本発明の化合物(No.1~No.5)は市販の界面活性剤(No.6~No.8)に比較して起泡性(泡立ち)の優れたシャンプー基剤であり、またリンス使用前から毛髪動摩擦係数が小さくなり、リンス効果をも兼備した理想的なシャンプー、リンス基剤である。

以上の様に、本発明のシャンプーは、他の類縁界面活性剤を使用したシャンプーと比較して、起

また、(1)~(2)の試料の0.1%水溶液に人毛を3分間浸漬後、流水で水洗し、更に0.1%塩化ベンザルコニウム液に浸漬し、リンスした後流水で水洗し20℃、相対湿度65%の条件下に24時間放置後レーダー法により摩擦速度2m/分、荷重500mgの条件下で毛髪動摩擦係数を測定した。

その結果を第4表に示す。

(以下余白)

- 53 -

泡力に優れ、又、毛髪動摩擦係数が小さく、リンス効果を有し眼粘膜に対する刺激も少ないことが判る。

## 実施例12(液体メイクアップ料中の顔料分散性)

界面活性剤(乳化分散剤)として、本発明のア-*(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-2-(1,3,3-トリメチル)ブチル-5,7,7-トリメチルオクチルエーテル*(仮1)、ア-*(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-n-9-オクタデセニルエーテル*(仮2)、ア-*(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-2-オクチルドデシルエーテル*(仮3)、ア-*(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-ドコシルエーテル*(仮4)、及び市販のソルビタンモノステアレート(試料仮5)、ア-*(N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル)アミノプロピレングリコールα-オクタデシルエーテル*(仮6)を用いて、後記の如く各液体メイ

- 35 -

クを精密に秤り、ルッボに入れる。ルッボをバーナー上で恒量に達する迄(約1時間)強熱して内容物を完全に灰化させ、この強熱残分について酸化チタンを定量することにより(化粧品原料基準注解、第一版、酸化チタンの容量定量法による)分散力を比較した。結果を第5表に示す。尚、表中にはソルビタンモノステアレート(試料仮5)の場合の値を100としたときの換算値で示した。

第5表

試料番	分散力
1	133
2	138
3	131
4	136
5	100
6	104

この様に、本発明の界面活性剤は既存の類縁化合物に比べて著しく顔料分散性に於いても優れていることが判る。又、他の顔料、カオリン、タルク、群青、カーボンブラックその他を用いた試験でもほぼ

クアップ料を調製し、酸化チタンに対する分散力をしらべた。

## (油相)

界面活性剤	3部
流動パラフィン	35"
セタノール	5"
ヒマシ油	5"
イソプロピルハルミテート	2"
香料	適量

## (水相)

酸化チタン	2部
純水	50"

上記、油相成分を80℃に加温し、激しく搅拌しながら均一に溶解させる。又、同様に水相成分を均一に分散させる。次に、同じ温度で搅拌しながら油相の中に水相を添加し、均一に分散させた後、搅拌しつつ室温迄冷却して、液状のメイクアップ料(仮1～仮6)を得た。次に各試料10gずつを20mlの遠沈管に入れ、熱遠心処理(45℃ 1500 rpm. 10分)を行なった後、上層液約1.0

- 36 -

同様の結果が得られた。

## 実施例13(油性ファンデーションクリームの遮蔽力)

界面活性剤として、本発明のア-*(N-メチル-N-2,3,4,5,6-ベンタヒドロキシアミノプロピレングリコールα-デシルエーテル*(仮1)、*N-メチル-N-2-ヒドロキシ-3-(n-9-オクタデセニロキシ)プロピルガラクトサミン*(仮2)、ア-*(N-メチル-N-1,1-ジメチロールエチル)アミノプロピレングリコールα-n-9-オクタデセニルエーテル*(仮3)、ア-*(N-メチル-N-トリメチロールメチル)アミノプロピレングリコールα-ドコシルエーテル*(仮4)、及び市販のソルビタンセスキベヘネット(仮5)、オレイン酸ジイソプロパノールアミド(仮6)、ア-*(N-メチル-N-2-ヒドロキシエチル)アミノプロピレングリコールα-ドコシルエーテル*(仮7)を夫々用いて、下記の組成のファンデーションクリームを実施例5に準じて調製した。

## (油相)

- 38 -

界面活性剤	5 部
ワセリン	2.5 "
カルナバロウ	1.5 "
ラノリン	1.5 "
流動パラフィン	1.5 "
香 料	適 量
(水 相)	
1,3-ブタンジオール	5 部
硫酸チタン	2 "
カオリン	1.5 "
ヘンガラ	0.02 "
黄酸化鉄	0.02 "
純 水	6.5 "

## (測定方法)

厚さ 0.5 mm の薄鋼板を備えたクリプトメーターを用いて、隠蔽力測定法 (JIS K5101-1964) により測定した。結果は第 6 表に示した。尚、表に示した値は、ソルビタンセスキベヘネートを用いた場合 (試料 No.5) の値を 100 とした換算値である。

- 39 -

第 6 表

試料 No.	隠蔽力
(1)	161
(2)	173
(3)	158
(4)	155
(5)	100
(6)	79
(7)	108

## 実施例 14 (シャンプー)

実施例 8 において使用した本発明の化合物の代りに、以下に示す本発明の化合物 (No.1 ~ No.5) を各 1.0 部使用する他は、実施例 8 と同様にしてシャンプーを製造した。得られたシャンプーは何れも洗浄力、起泡力に優れ、又洗髪後、髪にきしみ感を与えることなく、良好なつやとしなやかさを与えるものであった。

以下参考

- 40 -

## 6 本発明の化合物

- (1)  $\gamma$ - (N-メチル- $N$ -1, 1-ジメチロールエチル) アミノプロビレングリコールペードデシルエーテル
- (2)  $\gamma$ - (N-メチル- $N$ -トリメチロールメチル) アミノプロビレングリコールペードデシルエーテル
- (3)  $\gamma$ - (N-メチル- $N$ -2, 3, 4, 5, 6-ペンタヒドロキシル) アミノプロビレングリコールペートラデシルエーテル
- (4) N-メチル- $N$ -2-ヒドロキシ-5-(2-9-オクタデセニロキシ) プロピルグルコサミン
- (5) N-メチル- $N$ -2-ヒドロキシ-5-(2-ヘプチルウニデシロキシ) プロピルガラクトサミン

出願人 鎌 紡 株 式 会 社

代理人弁理士 足 立 英

